



中华人民共和国国家标准

GB/T 17863—2008
代替 GB/T 17863—1999

钍矿石中钍的测定

Determination of thorium in thorium ores

2008-07-02 发布

2009-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 17863—1999《钍矿石中钍的测定 N₂₆₃分离 EDTA 滴定法》。

本标准与 GB/T 17863—1999 相比主要变化如下：

- 在 N₂₆₃分离 EDTA 滴定法主要技术内容不变的情况下,将 N₂₆₃分离 EDTA 滴定法的测定范围由 0.02%~ $n\%$ ($1 < n < 10$)改为 0.1%~10%,并对文字表述及结果计算进行了修改。
- 对钍含量在 0.02%~0.2%的样品,增加了 N₂₆₃萃取色层分离偶氮胂Ⅲ分光光度法。

本标准由中国核工业集团公司提出。

本标准由全国核能标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:核工业北京地质研究院。

本标准主要起草人:裴玲云。

本标准所代替的标准历次版本发布情况为:

- GB/T 17863—1999。

钍矿石中钍的测定

1 范围

本标准规定了钍矿石中钍的 N_{263} 分离 EDTA 滴定法和 N_{263} 分离偶氮胂 III 分光光度法的测定原理、步骤、试剂和仪器、结果计算和方法的精密度。

N_{263} 分离 EDTA 滴定法适用于花岗岩、火山岩、碱性岩类型钍矿石中钍含量的测定,也适用于氧化钍等钍化合物中钍含量的测定。测定范围 0.1%~10%。小于或等于 20 mg 铈(II)、20 mg 铈(IV)、100 mg 镧(III)、100 mg 铈(IV)、25 mg 镱(III)、20 mg 钇(III)、40 mg 铀(VI)、20 mg 锌(II)、100 mg 镁(II)、200 mg 钙(II)、200 mg 铁(III)、52 mg 钛(III)、55 mg 钡(II)、100 mg 铝(III)不干扰测定。

N_{263} 分离偶氮胂 III 分光光度法适用于花岗岩、火山岩、碱性岩类型钍矿石中钍含量的测定。测定范围 0.02%~0.2%。小于或等于 200 mg 的铀(VI)、铁(III),100 mg 的钛(III)、铈(IV)、钙(II)、镁(II)、铝(III)、锌(II)、铜(II),50 mg 的镧(III)、铈(IV)、镱(III)、钇(III),20 mg 的钒(V)不干扰测定。

2 N_{263} 分离 EDTA 滴定法

2.1 方法提要

试样用过氧化钠高温熔融分解,提取时加入适量的三氯化铁载体(遇杂质或磷酸盐多的试样改用三乙醇胺和 EDTA 进行粗分离),试液通过 N_{263} 萃取色谱柱分离,除去绝大部分对钍测定干扰的元素。在 pH1.65~1.70 的酸性溶液中,EDTA 与钍的络合比为 1+1。用显示滴定终点突跃明显的二甲酚橙-半二甲酚橙-萘酚绿 B 三元复合指示剂,以 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红或鲜桃红变成亮黄绿色为终点。

2.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水。

2.2.1 过氧化钠。

2.2.2 三氯化铁溶液,150 g/L。

2.2.3 三乙醇胺溶液,1+1。

2.2.4 EDTA 溶液,50 g/L。

2.2.5 盐酸溶液,1+1。

2.2.6 氢氧化钠溶液,10 g/L。

2.2.7 硝酸-酒石酸溶液

将 2 g 酒石酸溶解于水中,加入 30 mL 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/cm}^3$),用水稀释至 100 mL。

2.2.8 硝酸溶液

在 100 mL 容量瓶中加入 15 mL 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/cm}^3$),用水稀释至 100 mL。

2.2.9 硝酸-酒石酸溶液

将 2 g 酒石酸溶解于水中,加入 15 mL 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/cm}^3$),用水稀释至 100 mL。

2.2.10 盐酸溶液,1+3。

2.2.11 N_{263} (氯化甲基三烷基胺)。

2.2.12 汽油 200 号。

2.2.13 第二辛醇。

2.2.14 无水乙醇。

2.2.15 玻璃纤维,用盐酸(2.2.10)煮沸 0.5 h,用水洗净备用。